

53/609
14 APR 2005
18/531609

(12) NACH DEM VERTRAG ÜBER DIE INTERNATIONALE ZUSAMMENARBEIT AUF DEM GEBIET DES
PATENTWESENS (PCT) VERÖFFENTLICHTE INTERNATIONALE ANMELDUNG

(19) Weltorganisation für geistiges Eigentum
Internationales Büro



(43) Internationales Veröffentlichungsdatum
29. April 2004 (29.04.2004)

PCT

(10) Internationale Veröffentlichungsnummer
WO 2004/036137 A2

- (51) Internationale Patentklassifikation⁷: F28F 39, 45472 Mülheim an der Ruhr (DE). VON MORSTEIN, Olaf [DE/DE]; Hufelandstrasse 8, 45147 Essen (DE).
- (21) Internationales Aktenzeichen: PCT/EP2003/011328
- (22) Internationales Anmeldedatum: 14. Oktober 2003 (14.10.2003)
- (25) Einreichungssprache: Deutsch
- (26) Veröffentlichungssprache: Deutsch
- (30) Angaben zur Priorität: 102 48 599.2 17. Oktober 2002 (17.10.2002) DE
- (71) Anmelder (für alle Bestimmungsstaaten mit Ausnahme von US): UHDE GMBH [DE/DE]; Friedrich-Uhde-Strasse 15, 44141 Dortmund (DE). DEGUSSA AG [DE/DE]; Ben-nigsenplatz 1, 40474 Düsseldorf (DE).
- (72) Erfinder; und
- (75) Erfinder/Anmelder (nur für US): KLEMM, Elias [DE/DE]; Kaulbachplatz 5, 90408 Nürnberg (DE). AL-BRECHT, Johannes [DE/DE]; Kudlich Siedlung 1, 61206 Wöllstadt (DE). LANGE DE OLIVEIRA, Armin [DE/DE]; Heumarkt 2, 63450 Hanau (DE). MARKOWZ, Georg [DE/DE]; Alte Strasse 11, 63791 Karlstein (DE). GROSS, Stefan [DE/DE]; Kreuze 44, 63505 Langenselbold (DE). SCHÜTTE, Rüdiger [DE/DE]; Im Goldenen Ring 11, 63755 Alzenau (DE). EHRLICH, Johannes [DE/DE]; Rannenberg-Ring 16, 63755 Alzenau (DE). SCHIRRMEISTER, Steffen [DE/DE]; Kolumbusstrasse
- (74) Gemeinsamer Vertreter: UHDE GMBH; Friedrich-Uhde-Strasse 15, 44141 Dortmund (DE).
- (81) Bestimmungsstaaten (national): AE, AG, AL, AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BY, BZ, CA, CH, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KP, KR, KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, MA, MD, MG, MK, MN, MW, MX, MZ, NI, NO, NZ, OM, PG, PH, PL, PT, RO, RU, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SY, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, YU, ZA, ZM, ZW.
- (84) Bestimmungsstaaten (regional): ARIPO-Patent (GH, GM, KE, LS, MW, MZ, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), eurasisches Patent (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), europäisches Patent (AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HU, IE, IT, LU, MC, NL, PT, RO, SE, SI, SK, TR), OAPI-Patent (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

Veröffentlicht:

— ohne internationalen Recherchenbericht und erneut zu ver-
öffentlichen nach Erhalt des Berichts

Zur Erklärung der Zweibuchstaben-Codes und der anderen Ab-
kürzungen wird auf die Erklärungen ("Guidance Notes on Co-
des and Abbreviations") am Anfang jeder regulären Ausgabe der
PCT-Gazette verwiesen.

(54) Title: METHOD FOR OBTAINING A GASEOUS PHASE FROM A LIQUID MEDIUM AND DEVICE FOR CARRYING OUT THE SAME

(54) Bezeichnung: VERFAHREN ZUR GEWINNUNG EINER GASFÖRMIGEN PHASE AUS EINEM FLÜSSIGEN MEDIUM UND VORRICHTUNG ZU SEINER DURCHFÜHRUNG

(57) Abstract: A modular construction micro-reactor with parallel microchannels on fluid guide plates for chemical reactions, but not for evaporation purposes is known. A modular construction falling film evaporator is disclosed, comprising a stack of alternate gap-like evaporation chambers and sheet-like evaporator modules with an assembly of parallel microchannels, whereby the evaporation chambers are open above and/or below across the whole width of the module and the stack is arranged in a container. The falling film evaporator is used in a method for obtaining a gaseous phase from a liquid medium on a technical scale and is suitable for the concentration of thermolabile solutions and rapidly adjustable production of a gas stream.

(57) Zusammenfassung: Ein modular aufgebauter Mikroreaktor mit parallelen Mikrokanälen auf Fluidführungsplatten für chemische Reaktionen, nicht aber für Verdampferzwecke, ist bekannt. Gefunden wurde ein modular aufgebauter Fallfilmverdampfer, umfassend einen Stapel aus abwechselnd spaltförmigen Verdampferräumen und plattenförmigen Verdampfermodulen mit einer Schar paralleler Mikrokanäle, wobei die Verdampferräume über die gesamte Breite der Module oben und/oder unten offen sind und der Stapel in einem Behälter angeordnet ist. Der Fallfilmverdampfer wird im Verfahren zur Gewinnung einer gasförmigen Phase aus einem flüssigen Medium im technischen Massstab verwendet. Er eignet sich zur Konzentrierung thermolabiler Lösungen und zur rasch regelbaren Bereitstellung eines Gasstroms.

BEST AVAILABLE COPY

WO 2004/036137 A2

Verfahren zur Gewinnung einer gasförmigen Phase aus einem flüssigen Medium und Vorrichtung zu seiner Durchführung

Beschreibung:

Die Erfindung richtet sich auf ein Verfahren zur Gewinnung einer gasförmigen Phase aus einem flüssigen Medium durch mindestens teilweises Verdampfen des flüssigen Mediums oder mindestens einer darin enthaltenen Komponente oder Freisetzen einer durch Spaltung gebildeten Komponente. Das Verfahren wird in einem modular aufgebauten Fallfilmverdampfer, der stapelförmig vertikal oder geneigt angeordnete plattenförmige Module und spaltförmige Verdampferräume zwischen jeweils zwei Modulen umfasst, durchgeführt.

Bei der erfindungsgemäß zu verwendenden Vorrichtung handelt es sich um einen Reaktor, welcher im technischen Maßstab, insbesondere im tons-Maßstab, betrieben werden kann.

Fallfilmverdampfer, welche als horizontale oder vertikale Rohrbündel oder auch als vertikale Plattenstapel ausgeführt sein können, werden in der chemischen Industrie in vielseitiger Weise eingesetzt. Der Vorteil von Fallfilmverdampfern gegenüber üblichen Zwangsumlauf- oder Naturumlaufverdampfern ist die geringe Überhitzung der Flüssigkeit. Während bei den Fallfilmverdampfern der Flüssigkeitsfilm ausschließlich durch die Schwerkraft über eine Oberfläche fließt - beispielhaft wird auf das US-Patent 5,203,406 verwiesen - werden bei besonders thermolabilen Substanzen Dünnschichtverdampfer eingesetzt, bei welchen mittels mechanischer Mittel auf einer Verdampferoberfläche ein dünner Film erzeugt, und durch Turbulenzen im Film der Stoff- und Wärmeübergang verbessert werden - beispielhaft wird auf das US-Patent 6,173,762 verwiesen. Beispiele für Anwendungen von

- Fallfilmverdampfern sind: Entfernen organischer Lösungsmittel aus Lösungen, um darin gelöste thermolabile Produkte anzureichern und das Lösemittel zurückzugewinnen; Aufkonzentrieren von Fruchtsäften (Lebensmittelchemie);
- 5 Gewinnung von Süßwasser aus Salz- oder Brackwasser.

Der Fallfilmverdampfer gemäß US-Patent 5,203,406 umfasst ein Paket von im wesentlichen vertikal in einem bestimmten Abstand voneinander angeordneten Wärmeaustauscherplatten,

10 wobei jeder zweite Zwischenraum zwischen den Platten als Verdampferraum ausgebildet ist. Hinweise, wonach die Verdampferplatten strukturiert sind, lassen sich diesem Dokument nicht entnehmen.

- 15 Aus dem US-Patent 6,173,762 B1 ist bekannt, zur Verbesserung des Wärme- und Stoffübergangs die filmtragende Oberfläche eines Wärmeaustauscherrohres für einen Fallfilmverdampfer mit Rippen und Rillen zu strukturieren. Die Höhe der Rippen wird mit 0,2 bis 0,8 mm angegeben, die
- 20 Anzahl Rippen mit 900 bis 1100/m.

In üblichen Fallfilmverdampfern dürfen minimale Werte der Berieselungsdichte und der Filmdicke, um 1 mm bei Fallfilmverdampfern und 0,5 mm bei Dünnschichtverdampfern

25 nicht unterschritten werden, weil es sonst zu Filmabrissen, zum Trockenlaufen und zu unerwünschten „hot-spots“ und damit bei der Konzentrierung eines flüssigen Mediums, welches eine thermolabile Komponente enthält, zu unerwünschten Zersetzungserscheinungen kommen kann.

30

Einen modular aufgebauten Mikroreaktor zur Durchführung von Reaktionen zwischen einem flüssigen und einem gasförmigen Reaktionspartner lehrt die DE 100 36 602 A1. Dieser

Mikroreaktor umfasst einen Stapel aus einer beliebigen Anzahl von vertikal oder geneigt angeordneten Fluidführungsplatten, einer gleichen Anzahl Zwischenplatten und zwischen je zwei Platten spaltförmigen Reaktionsräumen.

5 Die Fluidführungsplatten weisen parallel angeordnete Mikrokanäle auf, in welchen eine Flüssigkeit durch Schwerkraft und/oder Kapillarkräfte in ununterbrochenen Kapillarfäden fließen und mit einem Gas in Kontakt treten und reagieren kann. Die Fluidführungsplatte kann mit einem

10 Katalysator beschichtet sein und an ihrer Rückwand mit einem Wärmetauschermedium in Kontakt stehen. Das entstehende flüssige Reaktionsgemisch wird am unteren Ende der Fluidführungsplatten über Sammelkanäle abgeleitet. Nachteilig an dem Mikroreaktor gemäß

15 DE 100 36 602 A1 ist der durch viele Zu- und Ableitungen, Sammel- und Verteilerkanäle, Druckverlustbarrieren und spezielle Rampen bedingte sehr komplizierte technische Aufbau. Durch den modularen Aufbau kann zwar die Durchsatzmenge in gewissem Umfang gesteigert werden, jedoch

20 lassen sich diesem Dokument keine Anregungen entnehmen, wie das miniaturisierte Reaktionssystem verändert werden muss, um es im technischen Maßstab und insbesondere für großtechnische Einsatzzwecke in wirtschaftlicher Weise einsatzfähig zu machen. Anregungen, den Mikroreaktor als

25 Verdampfer zu verwenden, lassen sich dem Dokument nicht entnehmen.

Aus der WO 02/18042 A1 ist ein weiterer Reaktor zum Durchführen von Reaktionen zwischen mindestens zwei fluiden

30 Reaktanden im technischen Maßstab bekannt. Der Reaktor umfasst einen Stapel aus im wesentlichen quaderförmigen, vertikal angeordneten Wandelementen mit integrierter Kühlvorrichtung und spaltförmigen Reaktionsräumen zwischen den Wandelementen. Die Wandelemente können zwar

35 strukturiert und mit einem Katalysator belegt sein, jedoch

finden sich in diesem Dokument keine Hinweise, wonach die Struktur aus einer Schar paralleler Mikrokanäle bestehen und der Reaktor als Verdampfer verwendet werden könnte.

- 5 Die DD-Patentschrift 246 257 lehrt eine
verfahrenstechnische Mikroapparatur, die aus einem Stapel
aus einzelnen Substratplättchen mit eingearbeiteten
Vertiefungen besteht, wobei die Substratplättchen zur
Bildung geschlossener kanalförmiger Hohlräume abgedeckt
10 sind. Dieser Mikroreaktor enthält kanalförmige
Reaktionsräume, in welchen außer einer chemischen Reaktion
auch Verdampfungsprozesse durchgeführt werden können. Ein
derartiger Mikroreaktor eignet sich als Reaktionsgefäß zur
Anwendung in der chemischen Mikroanalytik, jedoch nicht zur
15 Verwendung als Verdampfer im Rahmen eines Prozesses in
technischem (tons) Maßstab.

- Aus der DE-Offenlegungsschrift 1 667 241 ist ein Reaktor
für chemische Reaktionen bekannt, welcher einen Stapel aus
20 plattenförmigen, gegebenenfalls mit einem Katalysator
beschichteten Modulen und zwischen diesen angeordneten
spaltförmigen Reaktionsräumen, Abstandshaltevorrichtungen
zur Begrenzung der Reaktionsräume und Einlass- und
Auslassvorrichtungen in diese Räume umfasst. Der
25 Flächenabstand zwischen den Platten liegt im Bereich von
0,001 und 6,3 mm, so dass der wirksame Reaktionsraum
gegenüber Mikroreaktoren vergrößert sein kann. Die
Oberfläche der Platten auf welchen ein Flüssigkeitsfilm
zweckmäßigerweise unter Zentrifugalkraft fließt, kann zwar
30 geätzt sein, Hinweise auf die Anwesenheit parallel
angeordneter Mikrokanäle lassen sich dem Dokument jedoch
nicht entnehmen. Der Plattenstapel kann zwar insgesamt
temperiert werden, Vorrichtungen zum Temperieren einzelner
Platten sind jedoch nicht vorgesehen, so dass sich diese

Vorrichtung nicht unmittelbar zur Verwendung in einem großtechnischen Prozess eignet.

Der Reaktor gemäß US-Patent 5,811,062 umfasst mehrere
5 vertikal übereinander angeordnete Lamine mit darin
angeordneten Mikrostrukturelementen, wie insbesondere
Mikrokanälen. Durch Zusammenschaltung vieler derartiger
Mikroreaktoren lassen sich auch Reaktionen im Makromaßstab
10 durchführen. Die Abmessungen der Mikrokomponenten liegen im
Bereich von etwa 1 μm bis 1 cm. Die Breite der Rinnen in
den Laminaten, woraus durch Abdeckung die Kanäle gebildet
werden, wird mit 1 μm bis 1 mm angegeben; sofern oberhalb
der Rinnen überhaupt ein Spalt verbleibt, soll die
15 Spaltweite weniger als 100 μm , insbesondere weniger als 10
 μm betragen. Zwar kann der Reaktor auch als Verdampfer
verwendet werden, jedoch findet sich in diesem Dokument
keine Anregung die Lamine mit den Mikrostrukturen, also
den Reaktionskanälen in anderer Weise als vertikal
anzuordnen. Der Reaktor wird nicht als Fallfilmverdampfer
20 verwendet. Nachteilig an diesem Reaktor ist ferner, dass
durch die Dimensionierung der Rinnen, selbst wenn sich über
diesen noch einen geringer Spalt befindet, einer
Verdampfung der in Rinnen fließenden Flüssigkeit enge
Grenzen setzt.

25

Das EP-Patent 0 688 242 lehrt eine integrale Struktur für
die chemische Verarbeitung und Produktion, die eine
Vielzahl von miteinander verbundenen Plättchen mindestens
einen dreidimensional gewundenen durchgehenden Kanal
30 zwischen benachbarten Plättchen sowie mindestens eine
Einlass- und eine Auslassöffnung für die umzusendenden
Stoffe umfasst. Dieser modular aufgebaute Mikroreaktor kann
ferner zwischen benachbarten Plättchen Kanäle zum
Durchleiten eines Wärmeträgermediums aufweisen. Auch dieser

Mikroreaktor lässt sich nicht durch Parallelschaltung vieler Reaktoren und/oder Vergrößerung der Plattenzahl innerhalb eines Stapels beliebig vergrößern, um ein Verfahren in großtechnischem Maßstab durchführen zu können.

- 5 Anregungen diesen Mikroreaktor so umzugestalten, dass er als Fallfilmreaktor Anwendung finden kann, sind diesem Dokument nicht zu entnehmen.

- 10 Aufgabe der vorliegenden Erfindung ist es demgemäß, ein verbessertes Verfahren zur Gewinnung einer gasförmigen Phase aus einem flüssigen Medium unter Verwendung eines modular aufgebauten Fallfilmverdampfers, welcher stapelförmig vertikal oder geneigt angeordnete plattenförmige Module und spaltförmige Verdampferäume
15 zwischen den Modulen enthält, aufzuzeigen, wobei ein wesentlicher Aspekt der Verbesserung darin liegt, dass das Verfahren im technischen Maßstab (= tons-Maßstab) in einfacher und wirtschaftlicher Weise durchgeführt werden kann.

20

- Eine weitere Aufgabe der Erfindung richtet sich darauf, ein flüssiges Medium, welches eine thermolabile Komponente enthält, ohne nennenswerte Zersetzung und insbesondere ohne das Risiko einer unkontrollierten Zersetzung zu
25 konzentrieren, wobei die gebildete gasförmige Phase und die flüssige konzentrierte Phase weiteren Verwendungen zugeführt werden können.

- Eine weitere Aufgabe richtet darauf, ein durch Verdampfen
30 einer Flüssigkeit gewonnenes Gas unter konstantem Druck und schnell regelbar für eine Folgereaktion mit einer zweiten Reaktionskomponente zur Verfügung zu stellen.

Eine weitere Aufgabe der Erfindung richtet sich auf die Bereitstellung einer Vorrichtung zur Durchführung des erfindungsgemäßen Verfahrens im technischen Maßstab.

5

Gemäß einer weiteren Aufgabe soll die Vorrichtung einen möglichst einfachen Aufbau aufweisen und zudem leicht an unterschiedliche Kapazitätsanforderungen angepasst werden können.

10

Gemäß einer weiteren Aufgabe sollte die erfindungsgemäße Vorrichtung selbst als Reaktor für eine weitere Umsetzung der gebildeten Gasphase und/oder der sich konzentrierenden flüssigen Phase mit einer oder mehreren weiteren

15 Reaktionskomponenten eigenen.

Die vorgenannten Aufgaben und weitere Aufgaben, wie sie aus der nachfolgenden Beschreibung leicht herleitbar sind, werden durch die Verwendung eines Fallfilmverdampfers, welcher auf den Verdampfermodulen eine Schar paralleler Mikrokanäle in einer für einen Fallfilm geeigneten Orientierung aufweist und dessen Verdampferräume spaltförmig und oben und/oder unten geöffnet sind, gelöst.

25 Gefunden wurde demgemäß ein Verfahren zur Gewinnung einer gasförmigen Phase aus einem flüssigen Medium im technischen Maßstab, durch mindestens teilweises Verdampfen des flüssigen Mediums oder mindestens einer darin enthaltenen Komponente oder Freisetzen einer aus dem flüssigen Medium
30 durch Spaltung gebildeten Komponente in einem modular aufgebauten Fallfilmverdampfer, umfassend, stapelförmig

vertikal oder geneigt angeordnete plattenförmige Module, wobei mindestens jeder zweite Modul als Verdampfermodul ausgebildet ist, und spaltförmige Verdampferräume zwischen einander zugekehrten Seitenflächen von im wesentlichen gleich großen, rechteckigen Modulen, dadurch gekennzeichnet, dass man einen Fallfilmverdampfer verwendet, dessen Verdampfermodule zumindest auf einer den spaltförmigen Verdampferräumen zugekehrten Seite eine Schar paralleler Mikrokanäle aufweisen, deren Orientierung der Laufrichtung des darin durch Schwerkraft und/oder Kapillarkräfte fließenden flüssigen Mediums entspricht, und dessen Verdampferräume oben und/oder unten über im wesentlichen die gesamte Breite der Module offen sind, das flüssige Medium mittels einer Aufgabevorrichtung den Mikrokanälen zuführt, die Mikrokanäle mittels eines die Verdampfermodule durchströmenden Wärmeträgermediums indirekt beheizt und die entstehende gasförmige Phase aus den oben und/oder unten offenen Verdampferräumen abzieht.

20

Die Unteransprüche richten sich auf bevorzugte Ausführungsformen des Verfahrens.

Bei dem flüssigen Medium, welches der jeweiligen Schar paralleler Mikrokanäle zugeführt wird, kann es sich um einen reinen Stoff oder um ein Stoffgemisch, beispielsweise eine Lösung einer oder mehrerer Komponenten in einem Lösungsmittel, handeln. Der Begriff "flüssige Medium" schließt Schmelzen ein. Unter den Verfahrensbedingungen, welche sich bezüglich Temperatur und Druck im wesentlichen nach den Stoffeigenschaften des flüssigen Mediums richten, wird durch mindestens teilweises Verdampfen einer Komponente des flüssigen Mediums oder durch gezielte thermische Spaltung einer darin enthaltenen Komponente eine

gasförmige Phase gebildet. Der Begriff "gasförmige Phase" umfasst auch Dämpfe und Nebel.

Überraschender Weise lässt sich ein erfindungsgemäßer Reaktor, der analog dem Mikroreaktor gemäß DE 100 36 602 A1
5 eine Fluidführungsplatte und spaltförmige Reaktionsräume enthält, die Spalten jedoch oben und/oder unten über im wesentlichen die gesamte Breite der Platten offen sind, zur Verdampfung eines flüssigen Mediums verwenden. Das genannte Dokument gibt diesbezüglich keinerlei Anregung. Durch die
10 nachfolgend weiter erörterten Besonderheiten des erfindungsgemäß zu verwendenden Fallfilmverdampfers lässt sich das Verfahren im technischen Maßstab realisieren.

Die Begriffe Fallfilmverdampfer, Verdampfermodule und
15 Verdampferräume werden in der vorliegenden Erfindung verwendet, obgleich es sich nicht in allen Fällen um eine Verdampfung des flüssigen Mediums oder einer darin enthaltenen Komponente handelt, sondern auch um die Freisetzung einer durch gezielte Spaltung gebildeten
20 Komponente handeln kann. Zudem wird der Begriff Fallfilmverdampfer verwendet, obgleich es sich bei dem über die Verdampfermodule fließenden Flüssigkeit nicht um einen flächigen Film, sondern um parallel nebeneinander fließende ununterbrochene Kapillarfäden handelt. Durch die
25 Strukturierung der Verdampferoberfläche mit einer Schar offener paralleler Mikrokanäle ist es möglich, die Berieselungsdichte und Dicke der Kapillarfäden gegenüber den Werten eines Films in konventionellen
Fallfilmverdampfern abzusinken und dadurch die Stoff- und
30 Wärmeübergangskoeffizienten signifikant zu erhöhen, ohne dass es zum Abreißen der Kapillarfäden, zum Trockenlaufen derselben oder zu unerwünschten Hot-Spots kommt.

- Bei dem erfindungsgemäß zu verwendenden Fallfilmverdampfer handelt es sich um einen modular aufgebauten Fallfilmverdampfer, der plattenförmige Verdampfermodule enthält und somit leicht und mit geringem technischen Aufwand an eine gewünschte Verdampferkapazität angepasst werden kann. Im Prinzip lässt sich das erfindungsgemäße Verfahren auch in einem Fallfilmverdampfer durchführen, der als Module mehrere konzentrisch ineinander gestellte Rohre umfasst, wobei mindestens ein Teil der Ringspalte zwischen den Rohren als Verdampferräume ausgebildet sind und mindestens eine Rohrwandung dieser Verdampferräume eine Schar paralleler Mikrokanäle aufweist. Ein derartiger modular aufgebauter rohrförmiger Fallfilmverdampfer ist jedoch technisch aufwendiger als ein plattenförmiger Verdampfer und zudem lässt er sich nicht in ebenso einfacher Weise vergrößern, wie der dem erfindungsgemäß zu verwendende modular aufgebaute Fallfilmverdampfer mit stapelförmig angeordneten plattenförmigen Modulen.
- 20 Die im erfindungsgemäßen Verfahren gebildete gasförmige Phase kann aus den Verdampferräumen abgezogen und außerhalb derselben einer weiteren Verwendung zugeführt werden. Alternativ hierzu kann die gewonnene gasförmige Phase unmittelbar in den Verdampferräumen mit einer diesen
- 25 zugeführten zweiten gasförmigen Reaktionskomponente in Gegenwart oder in Anwesenheit eines Katalysators auf mindestens einem Teil der die Verdampferräume begrenzenden Flächen weiter umgesetzt werden. Der zweite gasförmige Reaktionspartner kann hierbei im Gleich- oder im Gegenstrom
- 30 zur Laufrichtung des flüssigen Mediums in die Verdampferräume eingeleitet werden. Sofern die Umsetzung des in-situ gebildeten Gases mit dem eingeleiteten zweiten Reaktionspartner heterogen katalysiert wird, ist es vorteilhaft, wenn die den Verdampferseiten

gegenüberliegenden Seiten der Verdampferräume mit einem wirksamen Katalysator beschichtet sind.

Gemäß einer weiteren Ausführungsform wird die in den
5 Verdampferräumen gebildete gasförmige Phase mittels eines von unten oder oben in die Verdampferräume eingeleiteten inerten oder reaktiven Gases als solches oder teilweise umgesetztes Gas aus den Verdampferräumen ausgetragen. Sofern in den Verdampferräumen bereits eine chemische
10 Reaktion durchgeführt wird, handelt es sich bei den Verdampferräumen gleichzeitig auch um Reaktionsräume.

Das Gemisch aus der gewonnenen Gasphase mit dem Inertgas oder einem Reaktionsgas kann zum Beispiel in einem
15 nachgeschalteten Reaktor, insbesondere einem modularen plattenförmigen Reaktor umgesetzt werden.

Das Volumen des in die Mikrokanäle eingespeisten flüssigen Mediums nimmt während des Durchfließens der Mikrokanäle im
20 allgemeinen ab. Lediglich wenn das sich konzentrierende flüssige Medium mit einem in die Verdampferräume geleiteten weiteren gasförmigen Reaktionspartner weiter umgesetzt wird, kann das Volumen im wesentlichen konstant bleiben, oder größer werden. Das aus den Mikrokanälen abfließende
25 flüssige Medium wird entweder unmittelbar in einem unter den Verdampferräumen angeordneten Behälter gesammelt oder mittels einer Ablaufrinne aus dem Fallfilmverdampfer abgezogen.

30 Das erfindungsgemäße Verfahren eignet sich in besonderer Weise zur Konzentrierung eines solchen flüssigen Mediums,

das eine oder mehrere thermolabile Verbindungen enthält. Die eine oder mehreren thermolabilen Stoffe können sowohl in der sich konzentrierenden flüssigen Phase oder/und in der durch Verdampfen gebildeten Gas- bzw. Dampfphase
5 enthalten sein. Zum Zwecke der Konzentrierung eines derartigen Mediums kann es besonders vorteilhaft sein, wenn der zu verwendende Fallfilmverdampfer mehrere Stapel aus vertikal angeordneten Modulen und dazwischen liegenden spaltförmigen Verdampferräumen mit mindestens einer Schar
10 paralleler Mikrokanäle in jedem Verdampferraum umfasst. Zweckmäßigerweise sind die Stapel übereinander angeordnet und die spaltförmigen Räume zwischen den Modulen über im wesentlichen die gesamte Breite der Module oben und unten offen, so dass diese im wesentlichen frei und ohne
15 nennenswerten Druckverlust von einem Gas durchströmt werden können und zusätzlich die aus einem oberen Stapel aus den Mikrokanälen ablaufende Flüssigkeit den Mikrokanälen des darunter liegenden Stapels zugeführt werden kann.

20 Alternativ oder in Ergänzung zur Verwendung eines Fallfilmverdampfer aus mehreren Stapeln kann auch ein Stapel derart ausgebildet sein, dass die Verdampfermodule in mehrere horizontal angeordnete Zonen gegliedert sind. Die einzelnen Stapel, beziehungsweise die einzelnen Zonen
25 der Verdampfermodule eines Stapels können derart betrieben werden, dass durch die Verwendung von Wärmeträgermedien unterschiedlicher Temperatur die einzelnen Stapel beziehungsweise die einzelnen Zonen mit unterschiedlicher Temperatur betrieben werden können. So ist es bei der
30 Konzentrierung eines eine thermolabile Komponente enthaltenden flüssigen Mediums besonders vorteilhaft, einen ersten Stapel oder eine erste Zone zur Konzentrierung zu verwenden und einen nachgeschalteten Stapel oder eine nachgeschaltete Zone zum Abkühlen des gebildeten
35 Konzentrats zu verwenden. In den als Verdampferräume

definierten Räumen des erfindungsgemäß zu verwendenden Fallfilmverdampfers können somit, obgleich der Begriff Verdampferraum beibehalten wurde, auch flüssige Medien abgekühlt werden.

5

Das erfindungsgemäße Verfahren sowie der dafür zu verwendende Fallfilmverdampfer werden anhand der nachfolgenden Figuren weiter beschrieben:

10 Figur 1 zeigt einen Querschnitt durch einen erfindungsgemäßen Fallfilmverdampfer mit zwei in einem Behälter angeordneten Stapeln aus Verdampfer beziehungsweise Kühlermodulen mit dazugehörigen (nicht erkennbaren) Zwischenräumen zwischen den Modulen.

Figur 2 zeigt eine Aufsicht auf einen Verdampfermodul.

15 Figur 3 zeigt einen Verdampfermodul im Querschnitt entlang der Linie A, A' in Figur 2.

Figur 4 zeigt einen Verdampfermodul im Querschnitt entlang der Linie B, B' in Figur 2.

20 Figur 5 zeigt einen erweiterten Ausschnitt aus Figur 4 (gekennzeichnet durch den Kreis), wobei in Figur 5 der entsprechende Ausschnitt von zwei nebeneinander angeordneten Verdampfermodulen gezeigt wird und Scharen paralleler Mikrokanäle erkennbar sind.

25 Die Bedeutung der Bezugszeichen in den Figuren 1 bis 5 ist der Bezugszeichenliste zu entnehmen.

Figur 1 zeigt eine bevorzugte Ausführungsform eines erfindungsgemäß zu verwendenden Fallfilmverdampfers (1)

welcher sich in besonderer Weise zur Konzentrierung von Lösungen, welche eine thermolabile Komponente enthalten, eignet. In einem Behälter, umfassend eine Behälterseitenwand (12), einen Behälterboden (13) und einen Behälterdeckel (14), sind in dieser bevorzugten Ausführungsform unmittelbar übereinander zwei Stapel (2, 2') aus erfindungsgemäßen Verdampfermodulen (3, 3') mit dazwischen liegenden spaltförmigen Räumen, welche in Figur 1 allerdings nicht erkennbar sind, mittels einer beliebigen, in Figur 1 nicht gezeigten Haltevorrichtung fixiert. Der Behälter weist im oberen Teil einen Stutzen zum Abziehen der Gasphase (Gas, Dampf oder Nebel) (10) und im unteren Teil einen Stutzen zum Abziehen einer flüssigen Phase (11) auf. Die stapelförmig vertikal angeordneten plattenförmige Module der beiden Stapel sind unmittelbar übereinander angeordnet, so dass die Ausrichtung der Verdampferräume des oberen Stapels im wesentlichen jener des unteren Stapels entspricht. Die Zwischenräume zwischen den Modulen sind in Figur 1 nicht erkennbar, da deren Schmalseiten in dieser Ausführungsform geschlossen sind. Der Begriff "im wesentlichen über die gesamte Breite" bedeutet, dass der Spalt durch konstruktiv bedingte Schweißpunkte, Abstandhalter und dergleichen unterbrochen sein kann. Andererseits sind die spaltförmigen Räume in beiden Stapeln sowohl oben als auch unten im wesentlichen über die gesamte Breite der Module offen, so dass die im erfindungsgemäßen Verfahren gebildete gasförmige Phase rasch und ohne ein kompliziertes Rohrsystem nach unten oder nach oben entweichen kann. In der Ausführungsform gemäß Figur 1 ist zwischen den beiden Stapeln eine Vorrichtung (9) zum Einleiten eines Gases in die spaltförmigen Verdampferräume angeordnet. Durch das Einleiten eines Inertgases oder eines reaktiven Gases am unteren Ende eines Stapels wird sicher gestellt, dass die in den Verdampferräumen gebildete gasförmige Phase nur in eine Richtung entweicht, im vorliegenden Fall nach oben.

Um eine Rückvermischung der oben aus den Verdampferräumen ausgetriebenen Gasphase und Wiedereintritt in den unteren Teil des untersten Stapels zu vermeiden, wird zwischen der
5 Behälterwand und der Oberkante des oberen Stapels ein gasdichtes Trennelement (16) angeordnet. Dieses Trennelement kann in beliebiger Weise ausgebildet sein, sofern sichergestellt wird, dass eine Rückvermischung vermieden wird. Beispielsweise ist es möglich, dass der
10 Behälterdeckel unmittelbar auf der Außenkante des oberen Stapels und der Behälterboden unmittelbar auf der Außenkante des unteren Stapels angesetzt wird und die Außenseiten des Plattenstapels die Behälterwandung darstellen.

15

Die Plattenstapel umfassen eine Vielzahl von Verdampfermodulen (3) und dazwischen angeordnete Verdampferräume. Die Spaltweite (s) zwischen zwei Verdampfermodulen sowie die Maßhaltigkeit der
20 Verdampferräume wird durch Abstandshalter (22) (siehe Figuren 2 bis 5) bewirkt. Zweckmäßigerweise befinden sich zu beiden Seiten der Plattenstapel Endmodule, welche als einfache Platten ausgebildet sein können. Der Plattenstapel wird mittels einer beliebigen Spannvorrichtung, in Figur 1
25 umfasst diese Gewindebolzen und Muttern (5), fixiert. In Figur 1 sind zusätzlich jeweils eine Leitung für den Heizmediumzulauf (6), den Heizmediumrücklauf (7) und den Zulauf eines Kühlmediums (8) für den unteren Stapel erkennbar.

30

Der Aufbau eines einzelnen Verdampfermoduls mit den erforderlichen Abstandshaltern wird anhand von Figur 3 verdeutlicht: der Modul umfasst die beiden aufeinander

liegenden Platten (29) und (30) mit dazwischen angeordneten Kanälen (20) für ein Wärmeträgermedium. Die Stabilität der Platten wird durch Schweißpunkte (24) und /oder Schweißnähte miteinander fixiert. Auf den Außenseiten der Platten befinden sich mehrere Abstandshalter (22); Lücken (23) zwischen den Abstandshaltern ermöglichen eine Quervermischung der Gasphase zu beiden Seiten der zweckmäßigerweise in einer vertikalen Linien angeordneten Abstandshalter. Die außen liegende Oberflächen (27) der Platten (29, 30) sind jeweils mit einer Schar paralleler Mikrokanäle ausgestattet, wobei sich diese Mikrokanäle im allgemeinen über die gesamte Plattenhöhe erstrecken. Am oberen Ende der Platten befindet sich die Zufuhrleitung (26) für das flüssige Medium mit nicht gezeigten Öffnungen, welche Bestandteil der Aufgabevorrichtung ist. Diese Leitung sowie der oberste Teil der Platten wird mittels eines Abdeckblechs (21) derart abgedeckt, dass die Flüssigkeit unmittelbar aus der Leitung (26) nur in die Mikrokanäle eingeleitet wird.

20

Der Querschnitt gemäß Figur 4 verdeutlicht nochmals den prinzipiellen Aufbau eines Verdampfermoduls aus zwei Platten (29, 30) mit den Hohlräumen für das Wärmeträgermedium (20), den Abstandshaltern (22), einer Verteilerleitung (19) für das flüssige Medium sowie Bohrungen (18) für Gewindebolzen zwecks Fixierung des Modulpakets.

Figur 2 zeigt eine Aufsicht auf eine Verdampferplatte (3). Die gezeigte Anordnung der Abstandshalter, welche in gewissen Abständen jeweils vertikal untereinander stehen, ist besonders zweckmäßig. In den Felder zwischen den Abstandshaltern (27) befinden sich die (nicht gezeigten) Scharen paralleler Mikrokanäle. Die Fließrichtung der

Flüssigkeit in den Mikrokanälen wird durch den Pfeil (28) verdeutlicht. In der Ansicht der Figur 2 sind ferner der Heizmediumzulauf (6), der Heizmediumrücklauf (7) sowie einige Kanäle (20) für den Wärmeträger innerhalb der Platte gestrichelt eingetragen. Die Aufgabevorrichtung für das flüssige Medium umfasst die Verteilerleitung (19), die Zufuhrleitung (26) sowie das Abdeckblech (21). Angedeutet sind ferner Schweißpunkte (24) und Bohrungen (18) für die Gewindebolzen.

10

Figur 5 zeigt einen Ausschnitt aus zwei nebeneinander angeordneten Verdampfermodulen (3). Die Spaltweite (s) des zwischen zwei Verdampfermodulen gebildeten Verdampferraums wird durch die Höhe der Abstandshalter (22) bestimmt. In Figur 5 sind Scharen (31) paralleler Mikrokanäle (32), zwischen welchen sich die Stege (32, 33) befinden, erkennbar. Dargestellt sind ferner die Tiefe (t) der Mikrokanäle sowie die Breite (b) derselben. Gemäß einer bevorzugten Ausführungsform der erfindungsgemäß zu verwendenden Fallfilmverdampfer ist die Spaltweite (s), gemessen vom Boden der Mikrokanäle, größer als die Tiefe (t) derselben und kleiner als 20 mm. Vorzugsweise ist s größer 2 t, insbesondere größer 5 t und besonders bevorzugt größer 100 μm . Die Breite b der Mikrokanäle kann in weiten Grenzen liegen, zweckmäßig ist jedoch eine Breite von kleiner 2000 μm , insbesondere eine solche im Bereich von 50 bis 500 μm . Die Tiefe (t) der Mikrokanäle ist in der Regel kleiner als 1000 μm , insbesondere liegt sie im Bereich von 25 bis 500 μm . Die Breite der Stege zwischen den Mikrokanälen ist wenig kritisch, bestimmt jedoch die durchsetzbare Flüssigkeitsmenge, so dass es vorteilhaft ist, wenn die Stegbreite weniger als 1000 μm beträgt, insbesondere im Bereich von 25 bis 500 μm liegt.

Ein weiterer Gegenstand der Erfindung richtet sich auf die zur Durchführung des Verfahrens geeignete Vorrichtung gemäß den Vorrichtungsansprüche.

- 5 Gemäß einer besonders bevorzugten Ausführungsform sind die Verdampferräume an ihren Schmalseiten verschlossen und oben und unten im wesentlichen über die gesamte Breite der Module geöffnet.
- 10 Die bevorzugte Ausführungsform eines erfindungsgemäßen Fallfilmverdampfers gemäß Figur 1 kann auch in der Weise abgeändert werden, dass anstelle der in Figur 1 gezeigten Kombination aus zwei Stapel aus Modulen mit
- 15 zwischenliegenden spaltförmigen Räumen ein einziges Modulpaket verwendet wird, wobei jedoch die in den Verdampfermodulen verlaufenden Hohlräume für das Wärmeträgermedium derart angeordnet werden, dass mehrere horizontal angeordnete Zonen resultieren. Jeder Zone wird ein separater Heizmediumzulauf und -ablauf zugeordnet, so
- 20 dass sich über die Verdampfermodule ein stufenweises Temperaturprofil einstellen lässt.

- Gemäß einer alternativen Ausführungsform eines erfindungsgemäßen Fallfilmverdampfers mit mehreren Stapeln
- 25 aus Verdampfermodulen mit zugehörigen spaltförmigen Räumen zwischen diesen, befinden sich diese Stapel in einem oder mehreren Behältern seitlich versetzt übereinander. Diese Ausführungsform ist dann vorteilhaft, wenn in dem unteren Stapel aus einem flüssigen Medium eine gasförmige Phase
- 30 gewonnen und diese im oberen Stapel unter Zufuhr einer zweiten Reaktionskomponente, welche gasförmig sein kann, umgesetzt wird und das Reaktionsprodukt selbst flüssig ist und somit am unteren Ende des oberen Stapels abtropft und

sich nicht mit der aus dem unteren Stapel abtropfenden Flüssigkeit vereinigt. Selbstverständlich können in diesem Falle die Module ganz oder nur teilweise mit einem wirksamen Katalysator beschichtet sein. Obgleich die
5 Verwendung von Modulen mit einer Schar paralleler Mikrokanäl ein einem zweiten Modulpaket nicht in allen Fällen erforderlich ist, ist es dennoch vorteilhaft, auch die Module des zweiten Stapels mit Scharen paralleler Mikrokanäle auszurüsten, wenn die zweite
10 Reaktionskomponente selbst eine Flüssigkeit ist und/oder ein Katalysator in direkter Schicht zugegen sein soll.

Bei dem erfindungsgemäßen Verfahren kann es sich um eine einfache Verdampfung oder Bildung einer gasförmigen Phase
15 durch Zersetzung handeln, oder eine Kombination der Bildung der Gasphase mit unmittelbar anschließender Umsetzung mit einer zweiten Reaktionskomponente. Bei dieser Umsetzung kann es sich um beliebige Reaktionen handeln, beispielsweise eine Oxidation, Epoxidation, Hydrierung oder
20 Additionsreaktion. Der zweite Reaktionspartner kann gasförmig oder flüssig sein.

Vorteile der erfindungsgemäßen Vorrichtung sind:

- Einfacherer Aufbau als derjenige vorbekannter modularer
25 Mikroreaktoren mit Mikrokanälen auf Fluidführungsplatten, indem durch oben und/oder unten offene Spalten zwischen jeweils zwei Verdampfermodulen oder zwischen einem Verdampfermodul und einer gegenüberliegenden Platte ohne Mikrokanäle kein
30 aufwendiges Kanalsystem für die Gasabführung und/oder Gaszuführung sowie Flüssigkeitsabfuhr erforderlich ist.

- Leichte Anpassungsfähigkeit an eine gewünschte Anlagenkapazität durch den modularen Aufbau; einfaches „scale-up“.
- 5 • Leichte Anpassungsfähigkeit der Vorrichtung an unterschiedliche Erfordernisse zur Weiterverarbeitung des in-situ aus einer Flüssigkeit gewonnenen Gases durch eine Kombination mit nachgeschalteten gleich oder ähnlich gebauten modularen Vorrichtungen.
- 10 • Erhöhte Sicherheit durch spaltförmige Verdampferräume und kurzzeitige thermische Belastung der zu verdampfenden Flüssigkeit sowie rasches Abkühlen in einer nachgeschalteten Zone oder Stapel einer gleichen, jedoch bei geringerer Temperatur betriebenen Vorrichtung.
- 15 • Leichter Austausch der Module, wobei letztere auf Wandflächen zusätzlich eine katalytisch wirksame Beschichtung aufweisen können. Zudem kann eine Beschichtung auch in einer Schar paralleler Mikrokanäle angeordnet sein, wodurch die für katalytische
- 20 Folgereaktionen benötigte Katalysatormenge und die Haftfestigkeit des Katalysators erhöht und damit die Reaktion günstig beeinflusst werden können.
- Leichte Variation der Spaltweite der Verdampfer-/Reaktionsräume durch Veränderung der Höhe der
- 25 Abstandshalter zwischen den Modulen.
- Gute Kontrollierbarkeit des Wärmeübergangs und rasche Ansprechbarkeit auf Änderungen der Beschickungsmenge; einheitliches Temperaturprofil auf den Seitenflächen der Verdampfermodule und damit Vermeidung von „Hot-spots“.
- 30 • Geringer Druckverlust durch oben und/oder unten offene Spalte und eine an die gebildete Gasmenge angepasste Spaltweite.

- Verhinderung einer Flammenausbreitung durch Auswahl einer den Erfordernissen entsprechenden Spaltweite in einem der Gewinnung einer Gasphase dienenden modularen Verdampfer oder einen nachgeschalteten plattenförmigen Reaktor.
5
- Vielseitige Nutzbarkeit der erfindungsgemäßen Vorrichtung oder einer Kombination derselben mit gleichen oder ähnlichen modularen Reaktoren für unterschiedliche Reaktionen, wie Oxidationen und Hydrierungen, wobei das Oxidationsmittel bzw. Hydrieragens oder das zu oxidierende bzw. zu reduzierende Substrat in einer erfindungsgemäßen Vorrichtung in den für die Umsetzung benötigten gasförmigen Zustand überführt werden können. Ein bevorzugtes Beispiel für eine Oxidation ist eine Gasphasen-Epoxidation eines niederen Olefins, wie Ethen, Propen, 2- und 4-Buten, mit gasförmigem Wasserstoffperoxid. Beispiele für in die Gasphase zu überführende Reduktionsmittel sind Hydrazin und Hydroxylamin.
10
15
20

Ein Beispiel für die Verwendung der erfindungsgemäßen Vorrichtung richtet sich auf die Verdampfung einer wässrigen Wasserstoffperoxidlösung zur Gewinnung (i) einer konzentrierten wässrigen Wasserstoffperoxidlösung und (ii) einer Wasserstoffperoxid und Wasser enthaltene Dampfphase, die ihrerseits unmittelbar Folgereaktionen, wie der Epoxidation eines Olefins, wie Propylen, in der Gasphase zugeführt werden kann.
25

30

Ein weiteres Beispiel zur Anwendung des erfindungsgemäßen Verfahrens betrifft die Bereitstellung eines aus einer Flüssigkeit gewonnenen Gasstroms, zum Beispiel eines

Ammoniakgasstroms aus flüssigem Ammoniak, der leicht und schnell regelbar ist und so bedarfsgerecht einer chemischen Umsetzung zugeführt werden kann. Die bedarfsgerechte Bereitstellung unter im wesentlichen konstantem Druck lässt

5 sich im Gegensatz zu sonst üblichen Verfahren, die oft zu einem Druckverlust führen und zudem die Gefahr einer Sprudelbildung aufweisen, durch Regelung der Wärmezufuhr zu den Verdampfermodulen und/oder Steuerung der Flüssigkeitszufuhr, etwa einer Flüssigkeitszufuhr zu einer

10 reduzierten oder erhöhten Zahl von Modulen, bewirken.

Bezugszeichen

- 1 Fallfilmverdampfer
- 2 Stapel (aus Verdampfermodulen und spaltförmigen Verdampferräumen)
- 5 2` Stapel (aus Kühlmodulen und spaltförmigen Zwischenräumen)
- 3 Verdampfermodul
- 3' Kühlmodul
- 4 Endmodul
- 10 5 Gewindebolzen mit Mutter (Spannvorrichtung)
- 6 Heizmediumzulauf
- 7 Heizmediumrücklauf
- 8 Kühlmediumzulauf
- 9 Vorrichtung zur Gaszufuhr
- 15 10 Gasabzug (Gas, Dampf)
- 11 Konzentratabzug
- 12 Behälterseitenwand
- 13 Behälterboden
- 14 Behälterdeckel
- 20 15 Isolierung
- 16 Trennelement
- 17 Flausen
- 18 Bohrung für Gewindebolzen
- 19 Verteilerleitung (für flüssiges Medium)
- 25 20 Kanal für Wärmeträger
- 21 Abdeckblech (Teil der Aufgabevorrichtung)
- 22 Abstandshalter

- 23 Öffnung
- 24 Schweißpunkt
- 25 Schweißnaht
- 26 Zufuhrleitung (für flüssiges Medium)
- 5 27 Plattenfläche (mit Mikrokanälen)
- 28 Strömungseinrichtung (flüssiges Medium)
- 29 Platten eines Moduls
- 30 Platten eines Moduls
- 31 Schar Mikrokanäle
- 10 32 Mikrokanal
- 33 Steg zwischen Mikrokanälen
- 34 Verdampferraum

Patentansprüche

1. Verfahren zur Gewinnung einer gasförmigen Phase aus
einem flüssigen Medium im technischen Maßstab durch
5 mindestens teilweises Verdampfen des flüssigen Mediums
oder mindestens einer darin enthaltenen Komponente oder
Freisetzen einer aus dem flüssigen Medium durch Spaltung
gebildeten Komponente in einem modular aufgebauten
Fallfilmverdampfer, umfassend, stapelförmig vertikal
10 oder geneigt angeordnete plattenförmige Module, wobei
mindestens jeder zweite Modul als Verdampfermodul
ausgebildet ist und spaltförmige Verdampferräume
zwischen einander zugekehrten Seitenflächen von im
wesentlichen gleichgroßen, rechteckigen Modulen,
15 dadurch gekennzeichnet,
dass man einen Fallfilmverdampfer verwendet, dessen
Verdampfermodule zumindest auf einer den spaltförmigen
Verdampferräumen zugekehrten Seite eine Schar paralleler
Mikrokanäle aufweisen, deren Orientierung der
20 Laufrichtung des darin durch Schwerkraft und/oder
Kapillarkräfte fließenden flüssigen Mediums entspricht,
und dessen Verdampferräume oben und/oder unten über im
wesentlichen die gesamte Breite der Module offen sind,
das flüssige Medium mittels einer Aufgabevorrichtung den
25 Mikrokanälen zuführt, die Mikrokanäle mittels eines die
Verdampfermodule durchströmenden Wärmeträgermediums
indirekt beheizt und die entstehende gasförmige Phase
aus den oben und/oder unten offenen Verdampferräumen
abzieht.
- 30 2. Verfahren nach Anspruch 1,
dadurch gekennzeichnet,
dass man einen Fallfilmverdampfer verwendet, dessen
Verdampfermodule jeweils zwei im wesentlichen gleich
große miteinander verbundene Platten umfassen, welche
35 einen oder mehrere von einem Wärmeträgermedium

durchströmbare Hohlräume umschließen, und deren einem Verdampferraum zugekehrte Seitenfläche eine Schar paralleler Mikrokanäle aufweisen.

3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2,
5 dadurch gekennzeichnet,
 dass man einen Fallfilmverdampfer verwendet, dessen
 spaltförmige Verdampferräume eine Spaltweite (s),
 gemessen vom Boden der Mikrokanäle, im Bereich von
10 größer als die Tiefe (t) der Mikrokanäle und kleiner als
 20 mm aufweisen, dessen Mikrokanäle eine Breite (b) von
 weniger als 2000 μm , insbesondere eine solche im Bereich
 von 50 bis 500 μm und eine maximale Tiefe (t) von
 weniger als 1000 μm , insbesondere eine solche im Bereich
15 von 25 bis 500 μm aufweisen und wobei die Breite der
 Stege zwischen den Mikrokanälen weniger als 1000 μm ,
 insbesondere 25 bis 500 μm beträgt.
4. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 3,
 dadurch gekennzeichnet,
 dass man in die spaltförmigen Verdampferräume von unten
20 oder oben ein Gas einleitet und damit die aus dem
 flüssigen Medium gebildete gasförmige Phase aus dem
 Fallfilmverdampfer austrägt.
5. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 4,
 dadurch gekennzeichnet,
25 dass man die gebildete gasförmige Phase in den
 Verdampferräumen in-situ mit einem im Gleich- oder
 Gegenstrom zur Laufrichtung des flüssigen Mediums in die
 spaltförmigen Verdampferräume eingeleiteten gasförmigen
 Reaktionspartner in An- oder Abwesenheit einer
30 katalytisch wirksamen Beschichtung auf mindestens einem
 Teil einer oder beider einen Verdampferraum begrenzenden
 Modulflächen weiter umsetzt.
6. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 5,
 dadurch gekennzeichnet,

dass man einen Fallfilmverdampfer verwendet, der entweder mehrere Stapel aus vertikal angeordneten Modulen und dazwischen liegenden spaltförmigen Verdampferräumen und/oder mindestens einen gleichartigen Stapel, der aber mehrere horizontal angeordnete Zonen aufweist, umfasst, wobei die spaltförmigen Räume zwischen den Modulen über im wesentlichen die gesamte Breite der Module oben und unten offen sind, und dass man bei Bedarf durch die Module der einzelnen Stapel und/oder durch die einzelnen Zonen der Module Wärmeträgermedien mit unterschiedlicher Temperatur leitet.

7. Verfahren nach Anspruch 6,
dadurch gekennzeichnet,

dass man als flüssiges Medium eine Lösung einer thermolabilen Verbindung beheizten Mikrokanälen von Verdampfungsmodulen eines ersten Stapels oder einer ersten Zone eines Stapels zuführt, das herabfließende, sich konzentrierende flüssige Medium gekühlten Mikrokanälen von Modulen eines zweiten gleichartigen Stapels oder einer zweiten Zone zuführt und die gewonnene gasförmige Phase zwecks weiterer Verwertung aus den Verdampferräumen des ersten Stapels oder der ersten Zone austrägt.

8. Vorrichtung zur Durchführung des Verfahrens gemäß einem der Ansprüche 1 bis 7 im technischen Maßstab, umfassend einen modular aufgebauten Fallfilmverdampfer, enthaltend mindestens einen Stapel aus vertikal oder geneigt angeordneten plattenförmigen Modulen, wobei mindestens jeder zweite Modul als Verdampfermodul ausgebildet ist, indem er einen oder mehrere von einem Wärmeträgermedium durchströmbare Hohlräume aufweist, und spaltförmigen Verdampferräumen zwischen einander zugekehrten Seitenflächen von im wesentlichen gleich großen, rechteckigen Modulen,

dadurch gekennzeichnet, dass die Verdampfermodule
zumindest auf einer einem spaltförmigen Verdampferraum
zugekehrten Seite eine Schar paralleler Mikrokanäle in
einer Orientierung entsprechend der Laufrichtung eines
5 darin durch Schwerkraft und/oder Kapillarkräfte
fließenden flüssigen Mediums und eine Vorrichtung zum
Zuführen eines flüssigen Mediums in die Mikrokanäle
aufweisen, die spaltförmigen Verdampferräume über im
wesentlichen die gesamte Breite der Module oben und/oder
10 unten offen sind und der mindestens eine Stapel in einem
mit je einer Vorrichtung zum Abziehen einer Gasphase und
einer Flüssigkeitsphase ausgestatteten Behälter
angeordnet ist.

9. Vorrichtung nach Anspruch 8,
15 dadurch gekennzeichnet,
dass die spaltförmigen Verdampferräume über im
wesentlichen die gesamte Breite der Module oben und
unten offen, an ihren Seiten aber geschlossen sind und
durch ein zwischen der Behälterwand und dem Stapel
20 angeordnetes Trennelement eine Rückströmung einer aus
den spaltförmigen Verdampferräumen oben austretenden
Gasphase in den unteren Teil des spaltförmigen
Verdampferräume verhindert wird.

10. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 7 ,8 oder 9,
25 dadurch gekennzeichnet,
dass die Verdampfermodule zwei oder mehrere horizontale
Zonen aufweisen, wobei mindestens eine Zone eine Schar
paralleler Mikrokanäle aufweist und jede Zone mit
separaten Vorrichtungen zur Zu- und Abfuhr eines
30 Wärmeträgermediums ausgestattet ist.

11. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 8 bis 10,
dadurch gekennzeichnet,
dass in einem oder mehreren kommunizierenden Behältern
mindestens zwei Stapel axial oder seitlich versetzt
35 übereinander angeordnet sind, wobei, die

- Verdampfermodule des unteren Stapels auf mindestens einer Seite eine Schar paralleler Mikrokanäle nebst Vorrichtung zur Zufuhr eines flüssigen Mediums aufweisen und am jeweils unteren Ende der Stapel eine Vorrichtung zum Zuführen eines Gases in die spaltförmigen Räume vorgesehen ist.
- 5
12. Verfahren nach Anspruch 6,
dadurch gekennzeichnet,
dass man einen ersten Stapel oder einer ersten Zone
10 einer erfindungsgemäßen Vorrichtung eine wässrige Wasserstoffperoxidlösung zuführt und das aus eine Wasserstoffperoxid enthaltende Dampfphase gewinnt, diese Dampfphase mittels eines Inertgases oder eines Olefins mit 2 bis 4 C-Atomen in einem zweiten Stapel oder in
15 eine zweite Zone eines Stapels aus plattenförmigen temperierbaren Modulen mit dazwischen liegenden Reaktionsräumen, wobei die Platten mit einem Katalystor beschichtet sein können oder sich ein Katalysatorbett in den Reaktionsräumen befindet, überführt und dort in
20 Gegenwart eines Olefins mit 2 bis 4 C-Atome zum entsprechenden Olefinoxid umsetzt.

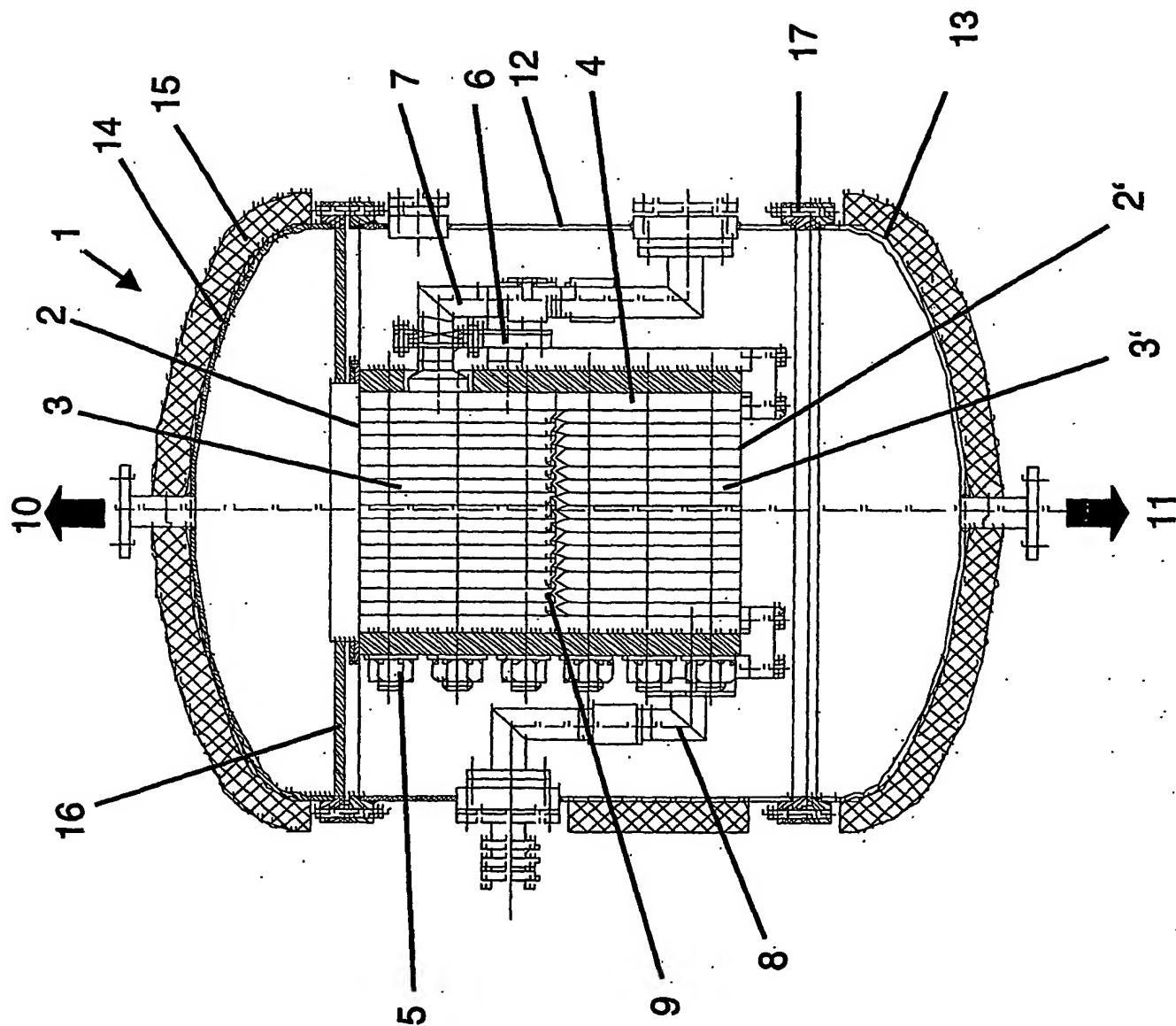


Abb. 1

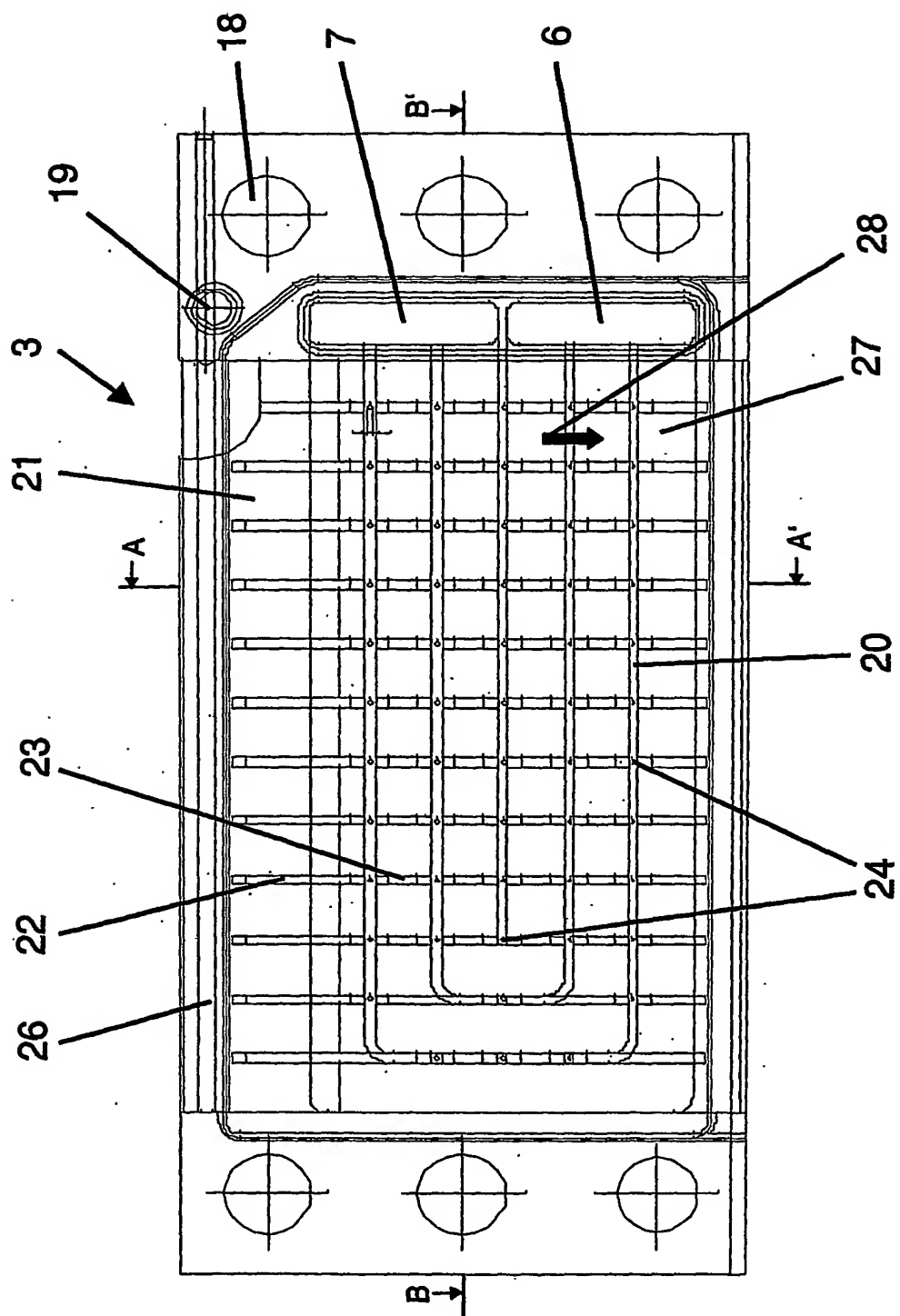


Abb. 2

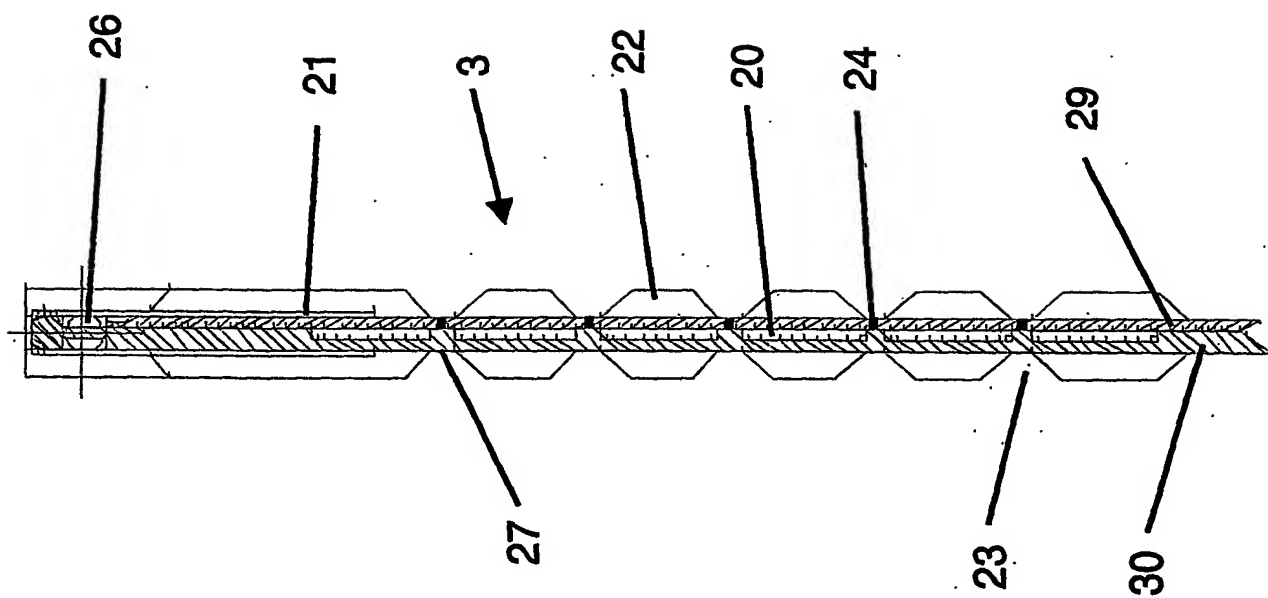


Abb. 3

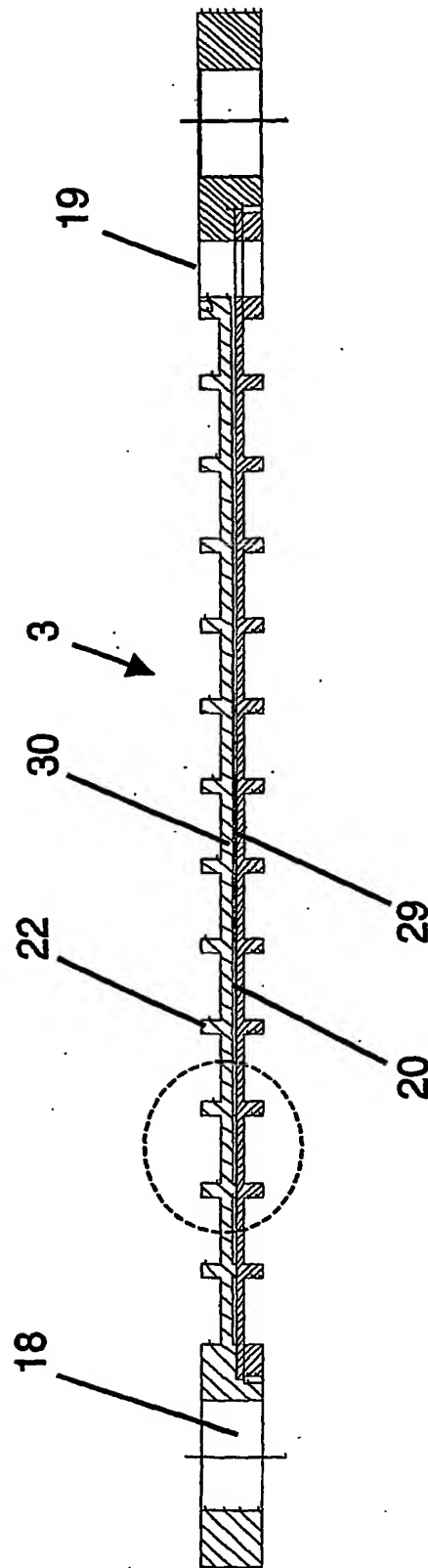


Abb. 4

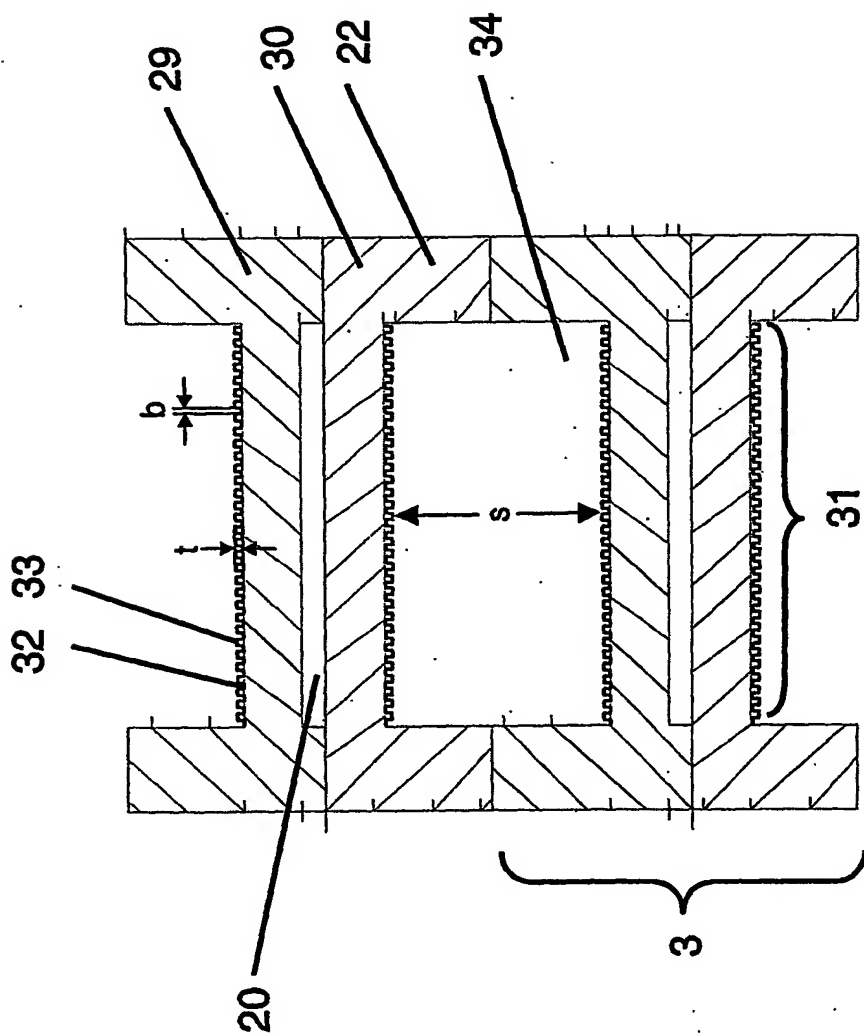


Abb. 5

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ BLACK BORDERS
- ☐ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- ☒ ~~FADED TEXT OR DRAWING~~
- ☒ ~~BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING~~
- ☐ SKEWED/SLANTED IMAGES
- ☐ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
- ☐ GRAY SCALE DOCUMENTS
- ☒ ~~LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT~~
- ☒ REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY
- ☐ OTHER: _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.